

Best Available Copy

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-200207

(43)Date of publication of application : 15.07.2003

(51)Int.Cl.

B21B 25/00  
C22C 38/00  
C22C 38/58  
C23C 8/10  
C23C 8/62

(21)Application number : 2001-398190

(71)Applicant : JFE STEEL KK

(22)Date of filing : 27.12.2001

(72)Inventor : ICHINO KENJI

TOYOOKA TAKAAKI

MAEDA MINORU

KANAYAMA TARO

(54) PIERCING AND ROLLING TOOL AND METHOD OF MANUFACTURING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method of manufacturing a piercing and rolling tool having excellent durability.

SOLUTION: The piercing and rolling tool made of steel is used as a blank and a scale layer is formed on its surface layer by applying a coating application agent containing sulfur or a sulfur compound at  $\geq 0.1$  mass% in terms of S to the surface of this blank, then subjecting the blank to heat treatment to heat the blank to a temperature range of 850 to 1,100°C and holding the same. The sulfur compound is preferably one or  $\geq 2$  kinds selected from sulfate, sulfide, sulfur-containing mineral and sulfur calcareous sinter. The piercing and rolling tool made of the steel which is the blank

preferably has a composition containing, by mass%, 0.1 to 0.7% C, 0.1 to 2.0% Si, 0.1 to 0.2% Mn, 0.1 to 10% Cr, 0.5 to 5% Ni, and 0.01 to 0.1% Al and consisting of the balance Fe and inevitable impurities.



CLAIMS

---

## [Claim(s)]

[Claim 1] It is made from the tool for steel punching rolling, and they are S conversion about sulfur or a sulfur compound to the front face of this material. It heats to the temperature of the range of 850-1100 degrees C after apply the paint include more than 0.1 mass %, The manufacture approach of the tool for punching rolling excellent in the endurance characterize by perform heat treatment to hold and form a scale layer in a surface.

[Claim 2] The manufacture approach of the tool for punching rolling according to claim 1 characterized by said sulfur compound being one sort chosen from among the sulfate, the sulfide, the sulfur content mineral, and the sulfur sinter deposit, or two sorts or more.

[Claim 3] The manufacture approach of the tool for punching rolling according to claim 1 or 2 characterized by having the presentation which said tool for steel punching rolling contains aluminum:0.01 - 0.1 % C:0.1 - 0.7 %, Si:0.1 - 2.0 %, Mn:0.1 - 2.0 %, Cr:0.1 -10%, and nickel:0.5 -5%, and becomes from Remainder Fe and an unescapable impurity by mass %.

[Claim 4] The manufacture approach of the tool for punching rolling according to claim 3 which is further characterized by considering as the presentation containing one sort chosen from among Mo 0.1-1.5 % and Ti:0.05 - 0.5 % by mass %, or two sorts or more in addition to said presentation.: 0.1 - 5%, W:0.1 - 5%, Co : 0.5 - 5%, Nb : 0.1-1.5 %, V :

[Claim 5] It is a tool for steel punching rolling, and has a scale layer in a surface layer, and these scale layers are S conversion about sulfur or a sulfur compound. Tool for steel punching rolling characterized by having the selective oxidation scale of the shape of a root which applied the paint included more than 0.1 mass %, was formed, and was deeply extended to the ferrite side.

[Claim 6] The tool for punching rolling according to claim 5 characterized by having the presentation which said tool for steel punching rolling contains aluminum:0.01 - 0.1 % C:0.1 - 0.7 %, Si:0.1 - 2.0 %, Mn:0.1 - 2.0 %, Cr:0.1 -10%, and nickel:0.5 -5%, and becomes from Remainder Fe and an unescapable impurity by mass %.

[Claim 7] It adds to said presentation and is Mo at mass % further. : 0.1 - 5%, W:0.1 - 5%, Co : 0.5 - 5%, Nb : 0.1-1.5 %, V: Tool for punching rolling according to claim 6 characterized by considering as the presentation containing one sort chosen from among 0.1-1.5 % and Ti:0.05 - 0.5 %, or two sorts or more.

---

[Translation done.]

DETAILED DESCRIPTION

---

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the endurance improvement of tools for punching rolling, such as a plug which starts manufacture of seamless steel tubes, especially is used for punching rolling of seamless steel tubes.

[0002]

[Description of the Prior Art] From the former, the Mannesmann type manufacturing-tubes method is widely enforced as the manufacture approach of seamless steel tubes. After this approach decreases and reheats thickness if needed further with elongators, such as a design elongator after passing like the punching roll turner by the piercer and using first the rolling material (round steel material) heated by predetermined temperature as hollow material, a plug mill, or a mandrel mill, it is an approach of mainly reducing an outer diameter and obtaining the seamless steel tubes of a predetermined dimension with a reducing mill or other making machines.

[0003] The so-called press-roll piercer which combined the so-called 3 roll piercer which combined as a piercer the so-called Mannesmann piercer which combined the inclination roll of two, the plug for punching, and two guide shoes, and the inclination roll of three and the plug for punching, or the pass roll of two and the plug for punching is known. Like the punching roll turner by such piercer, a plug is exposed to the bottom of an elevated temperature and the environment of a heavy load by continued contact for a hot rolling material or a hollow material for a long time, and tends to produce wear, an erosion, etc. For this reason, scale processing in an elevated temperature is performed to the plug for punching from the former, and they are dozens - 100 micrometers of numbers to a plug front face. The scale coat of thickness was made to form and consumption of a plug was prevented.

[0004] However, recently, when the need of seamless steel tubes made from high alloy steel, such as 13Cr steel with which the deformation resistance between heat is high with steel and the scale is moreover hard to be formed in a front face, and stainless steel, was increasing and punching rolling of the material of these high alloy steel was carried out, consumption of the scale coat on the front face of a plug was intense, and especially, the damages accompanied by deformation and printing of a plug point occurred frequently at an early stage, and had caused the increment in plug cost, the fall of productivity, etc. For this reason, amelioration of the heat treatment conditions for modification of a plug presentation or scale coat formation etc. has been proposed.

[0005] For example, the heat treatment approach of the moving part-ed for plastic-working equipments which performs hardening processing, annealing processing, or intercrystallization processing is proposed by JP,59-9628,B in the furnace atmosphere of the oxidizing quality containing less than [ CO gas 5% ]. According to this approach, an internal oxidation coat is thickly made into homogeneity, and it is supposed that the adhesion of an oxide skin and a metal will improve. Moreover, the manufacture approach of the tool material for seamless-steel-tubes manufacture of heat-treating a 900-1250-degree C temperature requirement after shaping and in an oxidizing atmosphere from the casting alloy containing Si:0.10-2.0 %, Mn:0.30-2.0 %, Cr:1.0 - 6.0 %, nickel:1.0 - 6.0 %, Mo:0.50-5.0 %, and Nb:0.20 - 1.5 % is proposed by JP,59-9154,A C:0.20 to 0.50%. However, with the technique indicated by JP,59-9154,A, when punching rolling of high alloy steel like 13Cr steel was carried out, the tool was damaged at an early stage and there was a problem that printing occurred.

[0006] Moreover, it is the tool for seamless-steel-tubes rolling between heat which becomes JP,61-163208,A from 25Cr-3nickel system alloy steel 10% or more of steam concentration, and O<sub>2</sub> The heat treatment approach of the tool for seamless-steel-tubes rolling between heat which carries out heating maintenance in the oxidizing atmosphere of 0.2 - 5% or more of concentration is proposed. According to the technique indicated by JP,61-163208,A, the spinel oxide sticking to a base material can be formed easily, and it is supposed that tool lives, such as a plug, will improve.

[0007] To JP,63-69948,A, moreover, C:0.26 - 0.35%, Si: 0.10-1.0 %, Mn:0.20-2.00%, Cr:2.00-4.00%, nickel:0.50-2.00% and Nb: -- further 0.10 to 0.50% It sets in an oxidizing atmosphere to the casting

alloy containing 1 of W:0.50 - 2.00%, Co:0.50-2.00%, and V:0.10 - 0.50% of sorts, and two sorts or more. The manufacture approach of the tool material for seamless-steel-tubes manufacture of performing heat treatment cooled at 30 degrees C/h or less in rate to 450 \*\* is proposed after 800-1100-degree C heating maintenance of a temperature requirement. However, with the technique indicated by JP,63-69948,A, when high alloy steel like 13Cr steel was rolled out, the tool was damaged at an early stage, printing occurred, and there was a problem that a tool life was short.

[0008] Moreover, the manufacture approach of the tool for hot working of performing wustite generation processing which holds the oxygen tension in a furnace of a heating furnace at 900-1050 degrees C for 2 to 15 hours within the ambient atmosphere adjusted within the limits of [ low ] predetermined by the relation of whenever [ stoving temperature / of a tool ], and cools and carries out air cooling to 800 - 500 \*\* after that to JP,8-193241,A once or more, and performing magnetite generation processing held by further 400 - 500 \*\* for 1 hour or more is proposed. However, although the improvement effectiveness in a life of fixed level is acquired with the technique indicated by JP,8-193241,A, it is 10-17 -10-12atm about the oxygen tension in a furnace. Severe ambient atmosphere control of adjusting was required, in a plug manufacture increase in cost and plug productivity falling, when high alloy steel like 13Cr steel was rolled out, the tool was damaged at an early stage and there was a problem that a tool life was short.

[0009] Moreover, the heat treatment approach of the plug for seamless-steel-tubes manufacture of holding it at the temperature between the Ac3 transformation temperature of a material and Ac1 transformation temperature in the same oxidizing atmosphere after heating the plug material formed with low alloy steel at 1050-1250 degrees C in an oxidizing atmosphere is proposed by JP,10-5821,A. The scale layer to which the scale generated by internal oxidation exists in the boundary section with a material is formed in a plug front face by this, and it is supposed that the plug life at the time of punching will improve. However, when severe rolling which rolls out high alloy steel like 13Cr steel was presented with the plug manufactured by this approach, the scale layer exfoliated at an early stage, the tool was damaged and there was a problem that a tool life was short. It was difficult to grow up stably the scale actually contributed to the improvement in large of a plug life with the technique indicated by JP,10-5821,A.

[0010] moreover, to JP,11-179407,A C:0.1 - 0.4 %, Si:0.1 - 3 %, Mn:0.20-2 %, Cr: 0.5 - 5 %, nickel:0.5 -10%, Cu:0.05-5 %, Mo: 0.5 - 5 %, W:0.5 - 5 %, Co:0.5 - 5 %, Ti: 0.015 -1%, it has the presentation made into the range with which sol.aluminum:0.01 - 0.1 % is contained, and {7(Co%)-10(C %)-(nickel%)} is satisfied of 0-18, and the tool for seamless-steel-tubes manufacture it comes to give scale attachment heat treatment to is proposed. However, in the latest severe 13Cr steel punching rolling, sufficient plug life was not securable by the tool indicated by JP,11-179407,A.

[0011]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Recently, the reinforcement of tools for punching rolling, such as further plug, is demanded with the increment in need of seamless steel tubes made from high alloy steel, such as 13Cr steel and stainless steel. This invention aims at proposing the manufacture approach of the tool for punching rolling which is stabilized and enables further tool life extension of tools for seamless-steel-tubes punching rolling, such as a plug, in view of such a situation.

[0012]

[Means for Solving the Problem] this invention persons examined wholeheartedly a means to make the basis of the idea that it is effective in a base material (ferrite) side to make the selective oxidation scale (scale of a configuration in which the so-called "root" grew) of the shape of a root extended deeply form generate a selective oxidation scale stably by the interface with a ferrite, for improvement in the tool life for punching rolling. Consequently, this invention persons are the easy methods of applying and heat-treating the compound containing S on a tool front face, and discovered the phenomenon of a scale of a configuration in which the so-called "root" grew, and a selective oxidation scale having been stabilized moreover easily, and growing up.

[0013] Based on such knowledge, this invention adds examination further and is completed. That is, the summary of this invention is as follows.

(1) It is made from the tool for steel punching rolling, and they are S conversion about sulfur or a sulfur compound to the front face of this material. It heats to the temperature of the range of 850-1100 degrees C after apply the paint include more than 0.1 mass %, The manufacture approach of the tool for punching rolling excellent in the endurance characterize by perform heat treatment to hold and form a scale layer in a surface.

The manufacture approach of the tool for punching rolling characterized by said sulfur compound being one sort chosen from among the sulfate, the sulfide, the sulfur content mineral, and the sulfur sinter deposit, or two sorts or more in (2) and (1).

In (3), (1), or (2) said tool for steel punching rolling by mass % C:0.1 - 0.7 %, Si:0.1 - 2.0 %, Mn:0.1 - 2.0 %, Cr: The manufacture approach of the tool for punching rolling characterized by having the presentation which contains aluminum:0.01 - 0.1 % and consists of the remainder Fe and an unescapable impurity 0.1 -10% and nickel:0.5 -5%.

In (4) and (3), it adds to said presentation, and is Mo at mass % further. : 0.1 - 5%, W: 0.1 - 5%, Co : 0.5 - 5%, Nb : 0.1-1.5 %, V: The manufacture approach of the tool for punching rolling characterized by considering as the presentation containing one sort chosen from among 0.1-1.5 % and Ti:0.05 - 0.5 %, or two sorts or more.

(5) It is a tool for steel punching rolling, and has a scale layer in a surface layer, and these scale layers are S conversion about sulfur or a sulfur compound. Tool for steel punching rolling characterized by having the selective oxidation scale of the shape of a root which applied the paint included more than 0.1 mass %, was formed, and was deeply extended to the ferrite side.

The tool for punching rolling characterized by having the presentation which said tool for steel punching rolling contains aluminum:0.01 - 0.1 % C:0.1 - 0.7%, Si:0.1 - 2.0 %, Mn:0.1 - 2.0 %, Cr:0.1 -10%, and nickel:0.5 -5%, and becomes from Remainder Fe and an unescapable impurity by mass % in (6) and (5).

Tool for punching rolling characterized by considering as the presentation containing one sort chosen from among Nb: 0.1-1.5 %, V: 0.1-1.5 %, and Ti:0.05 - 0.5 %, or two sorts or more Mo0.5-5% by mass % further in (7) and (6) in addition to said presentation.: 0.1 - 5%, W: 0.1 - 5%, Co :

[0014]

[Embodiment of the Invention] In this invention, it heat-treats on the front face of the tool for punching rolling made from by applying the paint, and a scale layer is formed in it at a surface layer. The description is in this invention to use the paint containing sulfur or a sulfur compound as paint. It is easy by applying and heat-treating the paint containing sulfur or a sulfur compound, the scale, i.e., the selective oxidation scale, of a configuration to which elongation and a "root" grew in the base material (ferrite) side as shown in drawing 1 deeply, Moreover it is stabilized and can form. By generation of a selective oxidation scale, adhesion with the ferrite of a scale layer improves notably.

[0015] In this invention, the paint which made sulfur or a sulfur compound contain more than 0.1 mass % by S conversion is used for a solvent. The content of the sulfur in the paint or a sulfur compound is S conversion. Under by 0.1 mass %, the amount of generation of a selective oxidation scale becomes unstable, and desired effectiveness is not acquired. Although especially the content upper limit of the sulfur contained in the paint or a sulfur compound is not limited, when safeties, such as ignition prevention, are taken into consideration, it is desirable to carry out to below 50 mass % by S conversion.

[0016] Moreover, as for a solvent, considering as water or alcohol is desirable. It is desirable granulation or to suppose that it is powdered, to make it suspend or dissolve into a solvent, and to use sulfur or a sulfur compound as the paint. In addition, the paint is good also as the shape of a slurry which mixed oxide, silicic acid acid chloride, minerals, ferrous oxide or the bentonite, and the MOMMORI night because of adjustment of viscosity or the melting point.

[0017] It is desirable to consider as one sort chosen from among the sulfate, the sulfide, the sulfur content mineral, and the sulfur sinter deposit or two sorts or more as a sulfur compound. In addition, as a sulfate, a barium sulfide, a sodium sulfide, a potassium sulfide, sulfuration magnesium, etc. are illustrated. Moreover, as for ores, baryte, gypsum fibrosum, alunite, etc. are illustrated. In addition,

although especially the method of application of the paint does not need to limit, applying with brush coating, a spray, etc. is desirable. the surface whole of the tool for punching rolling whose paint is a material -- or it applies to the whole front face mostly -- having -- \*\*\*\*ing -- coating thickness -- it is not necessary to limit coverage

[0018] The tool for punching rolling to which the paint containing sulfur or a sulfur compound was applied by the front face is dried preferably, and, subsequently it heat-treats. In this invention, it heats to the temperature of heat treatment and the range of 850-1100 degrees C, It considers as heat treatment to hold. Under 850 \*\* of growth of a scale layer is [ whenever / stoving temperature / of heat treatment ] inadequate, and desired effectiveness is not acquired. On the other hand, if whenever [ stoving temperature / of heat treatment ] exceeds 1100 degrees C, a scale will carry out abnormality growth and a tool life will fall on the contrary. In addition, as for the holding time, it is desirable to be referred to as 2-12h. In less than 2h, the thickness of the scale layer to generate is thin and desired effectiveness cannot be acquired. On the other hand, if it exceeds 12h, a scale layer will become thick too much and adhesion with a ferrite will fall.

[0019] The paint containing S is applied to a tool front face in this invention, Although it is not necessary to limit especially the presentation of a tool in order to form a scale (selective oxidation scale) of a configuration with which elongation and a "root" grew in the surface layer deeply at the base material (ferrite) side and to improve a tool life, there is presentation range which has desirable effect on a tool life. Next, the presentation which has desirable effect on a tool life is explained. In addition, mass % concerning a presentation, % only describes.

[0020] C: 0.1 - 0.7 %, and C are elements which dissolve, and are made to increase the reinforcement of an ingredient, or form carbide, and control the fall of the high temperature strength of an ingredient, and need the content more than 0.1 % in this invention. On the other hand, if contained exceeding 0.7 %, while the fall of high temperature strength will become remarkable, into a scale layer, air bubbles increase and scale adhesion falls. For this reason, as for C, it is desirable to limit to the range of 0.1 - 0.7 %. in addition -- more -- desirable -- It is 0.1 - 0.5%.

[0021] Si: Although 0.1 - 2.0 %Si is an element which promotes generation of the scale which dissolves, strengthens a base, promotes selective oxidation further, and is rich in adhesion and needs the content more than 0.1 % in this invention while it acts as a deoxidizer, if contained exceeding 2.0 %, it will make a scale layer brittle, will reduce the adhesion of a scale layer, and will degrade a tool life. In addition, air bubbles increase [ Si content ] into a scale layer under by 0.1 %, and the adhesion of a scale layer falls. For this reason, as for Si, it is desirable to limit to 0.1 - 2.0 %.

[0022] Mn: 0.1 - 2.0 %Mn is an element to which high temperature strength is made to increase, in this invention, although the content more than 0.1 % is desirable, if contained exceeding 2.0 %, a scale layer will become brittle and adhesion will fall. For this reason, as for Mn, it is desirable to limit to 0.1 - 2.0 %.

Cr: 0.1 -10%Cr dissolves to radical underground, and forms carbide, and makes high temperature strength increase. Moreover, Cr promotes selective oxidation and raises the adhesion of a scale layer. In order to acquire such effectiveness, it is desirable to contain Cr more than 0.1 %. On the other hand, if contained exceeding 10%, the selective oxidation of Fe will be controlled and growth of a selective oxidation scale will be checked. For this reason, as for Cr, limiting to 0.1 - 10% is desirable. in addition -- more -- desirable -- It is 0.1 - 8%.

[0023] nickel: 0.5 - 5%nickel is an element which has the effectiveness of condensing to the ferrite near the selective oxidation section since it is hard to oxidize from Fe, and promoting growth of a selective oxidation scale, and improving the adhesion of a scale, and containing more than 0.5 % is desirable while it dissolves and raises the reinforcement of an ingredient, and toughness. On the other hand, even if contained exceeding 5%, effectiveness is saturated and it becomes disadvantageous economically. For this reason, as for nickel, it is desirable to limit to 0.5 - 5% of range.

[0024] aluminum: 0.01 - 0.1 %aluminum acts as a deoxidizer. Although such effectiveness is accepted by 0.01% or more of content, if contained exceeding 0.1 %, oxide system inclusion will increase and cleanliness will fall. For this reason, as for aluminum, it is desirable to limit to the range of 0.01 - 0.1 %.

Mo: It has one sort chosen from among 0.1-1.5 %, V:0.1-1.5 %, and Ti:0.05 - 0.5 %, or the operation to which each of Mo, W, Co, Nb(s), V, and Ti makes high temperature strength increase by two or more sorts, and can choose and contain if needed. : 0.1 - 5%, W: 0.1 - 5%, Co : 0.5 - 5%, Nb [0025] Mo and W form carbon nitride in solid solution strengthening or a pan, and make high temperature strength increase to it. such effectiveness -- Mo and W -- although it accepts by the content more than 0.1 %, respectively, if contained exceeding Mo:3% and W:3%, the melting point will fall and a tool life will fall. For this reason, it is Mo when it contains. : 0.1 - 5%, W: It is desirable to limit to 0.1 - 5% of range.

[0026] Co makes high temperature strength increase while it dissolves and raises the toughness of an ingredient. Although such effectiveness is accepted by the content more than Co:0.5 %, even if contained exceeding 5%, effectiveness is saturated and it becomes disadvantageous economically. For this reason, it is Co when it contains. It is desirable to limit to 0.5 - 5% of range. Each of Nb(s), V, and Ti is elements to which form carbide, a nitride, or carbon nitride in, and high temperature strength is made to increase. Such effectiveness is accepted by content beyond Ti:0.05% more than V:0.1 % more than Nb:0.1 %, respectively. On the other hand, if contained Nb:1.5 % and V:1.5% exceeding Ti:0.5 %, toughness will deteriorate and crack damage of a tool will become easy to take place. For this reason, when it contains, it is desirable to limit to the range of Nb:0.1 - 1.5 %, V:0.1 - 1.5 %, and Ti:0.05 - 0.5 %, respectively.

[0027] In addition to the above-mentioned component, below B:0.7 % can be contained for the purpose of the increment in grain boundary reinforcement. The remainders other than the above-mentioned component are Fe and an unescapable impurity. As an unescapable impurity, they are P:0.05% or less, S:0.03% or less, and Cu. : 0.5% or less is permissible.

[0028]

[Example] After ingoting the steel of the presentation shown in Table 1 and casting to mold, the part was finish-machined by machine grinding and it considered as the tool for steel punching rolling (piercer plug: the maximum outer diameter 154mm). The brush coating of the paint of the presentation shown in Table 2 was carried out, by being made from this piercer plug, the general-purpose atmospheric-air ambient atmosphere furnace was used, after drying, it heat-treated on the conditions shown at Table 3 and drawing 2 for this material, and the scale layer was generated for it at the material surface layer (scale attachment).

[0029] About the obtained piercer plug, organization observation of a cross section was performed and the existence of selective oxidation scaling was checked. In addition, a scale of a configuration with which elongation and a "root" grew in the base material (ferrite) side as indicated to be a "selective oxidation scale" here to drawing 1 deeply shall be said. these profit \*\*\*\* piercer plug (henceforth a plug) It used and punching rolling of a Cr steel billet (diameter 175mmphix die length of 2m) was performed 13%. Whenever it carried out punching rolling of the one billet, surface analysis of a plug was conducted. an erosion and printing -- or -- it can scoop out -- etc. -- the endurance of a plug was evaluated by making into a plug life the rolling number which was generated and was rolled out by being judged with a life. In addition, the value which searched for each plug life, computed those averages, rounded off below decimal point, and was rounded off to the integral value about the plug of the four same levels each was made into the plug life of each plug.

[0030] The obtained result is shown in Table 3.

[0031]

[Table 1]

素材 No	化 学 成 分 (質量%)													
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	W	Co	Al	Nb	V	Ti
A	0.47	0.51	0.57	0.016	0.009	1.22	3.03	—	—	—	0.024	—	0.10	—
B	0.43	0.61	0.46	0.022	0.018	1.65	5.72	3.99	3.46	1.55	0.038	0.61	—	—
C	0.38	0.40	0.33	0.018	0.008	1.58	0.61	1.76	1.33	1.98	0.017	0.33	0.21	0.06
D	1.27	0.60	1.02	0.018	0.013	1.02	16.7	1.51	1.50	—	0.035	—	—	—

[0032]

[Table 2]

塗布剤 No.	塗布剤組成					塗布剤中 のS量 (S換算)  質量%
	溶剤	添 加 物 (質量%)				
		硫黄 質量%	硫黄化合物 質量%	その他添加材 質量%	粘結剤 質量%	
a	水	—	硫酸ナトリウム ： 3	ベントナイト : 2	—	0.7
b	水	—	硫酸ナトリウム ： 10	酸化鉄 : Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 39 ベントナイト : 4	水ガラス : 16	2.3
c	メタノール 水 : 3	—	重晶石粉 ： 7	炭酸カルシウム : 24 長石粉 : 3 酸化鉄 : Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 2 ベントナイト : 6	アクリル樹脂 : 5	1.0
d	水	—	石膏石粉 ： 25 硫酸ナトリウム ： 2	酸化鉄Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 39	水ガラス : 5	5.0
e	水	硫黄粉 ： 3	—	ベントナイト : 6	水ガラス : 8	3.0

[0033]

[Table 3]

プラグ No.	母材 No.	塗布剤 No.	熱処理	選択酸化の有無	工具寿命	備考
			加熱温度℃ × 保持時間 h		圧延本数	
1	A	a	980℃×4 h	○	5	本発明例
2		c	870℃×7 h	○	5	本発明例
3			1000℃×2 h	○	7	本発明例
4		—	870℃×7 h	×	1	比較例
5			1000℃×2 h	×	1	比較例
6	B	a	970℃×4 h	○	6	本発明例
7		b	970℃×4 h	○	7	本発明例
8		—	970℃×4 h	×	1	比較例
9	C	b	1050℃×2 h	○	7	本発明例
10		c	930℃×5 h	○	8	本発明例
11		d	970℃×4 h	○	7	本発明例
12		e	960℃×6 h	○	7	本発明例
13		—	930℃×5 h	×	2	比較例
14	D	b	1050℃×3 h	△	3	本発明例
15		—	1050℃×3 h	×	1	比較例

○: 有り (多数)、△: 有り (少数)、×: 無し

[0034] It turns out that generation of a selective oxidation scale is accepted and the plug life is rolling number:5-8 carrying out reinforcement of each example of this invention also in punching rolling of 13Cr steel seamless steel tubes used as a severe punching rolled bar affair. In addition, in the example of this invention (plug No.14) in which the presentation of a material separates from the optimum range of this invention, there is little generation of a selective oxidation scale a little, and the plug life is formed into a short life a little. On the other hand, as for the example of a comparison which separates from the range of this invention, the rolling number:1-2 plug life is falling.

[0035]

[Effect of the Invention] As mentioned above, as explained in full detail, while according to this invention the further tool life extension of tools for seamless-steel-tubes punching rolling, such as a plug, is stabilized, it becomes possible and the shape of inner planarity of seamless steel tubes improves, deformation resistance between heat, such as high alloy steel and stainless steel, is high, the productivity of punching rolling of the ingredient which printing tends to produce improves notably, and marked effectiveness is done so on industry. Moreover, according to this invention, there is no need for a controlled atmosphere, a general-purpose heat treating furnace can be used, manufacturability improves, and it is effective in a manufacturing cost decreasing.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-200207

(P2003-200207A)

(43) 公開日 平成15年7月15日 (2003.7.15)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-コ-ト <sup>*</sup> (参考)
B 2 1 B 25/00		B 2 1 B 25/00	A
C 2 2 C 38/00	3 0 2	C 2 2 C 38/00	3 0 2 E
		38/58	
C 2 3 C 8/10		C 2 3 C 8/10	
8/62		8/62	
審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 7 頁)			
(21) 出願番号	特願2001-398190 (P2001-398190)	(71) 出願人	000001258 J F E スチール株式会社 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号
(22) 出願日	平成13年12月27日 (2001. 12. 27)	(72) 発明者	市野 健司 愛知県半田市川崎町1丁目1番地 川崎製 鉄株式会社知多製造所内
		(72) 発明者	豊岡 高明 愛知県半田市川崎町1丁目1番地 川崎製 鉄株式会社知多製造所内
		(74) 代理人	100099531 弁理士 小林 英一
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 穿孔圧延用工具およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 耐久性に優れた穿孔圧延用工具の製造方法を提案する。

【解決手段】 鋼製穿孔圧延用工具を素材とし、該素材の表面にイオウまたはイオウ化合物をS換算で0.1質量%以上含む塗布剤を塗布したのち、850~1100℃の範囲の温度に加熱し、保持する熱処理を施し、表層にスケール層を形成する。イオウ化合物としては、硫酸塩、硫化物、イオウ含有鉱物および硫黄温泉華のうちから選ばれた1種または2種以上であることが好ましい。素材である、鋼製穿孔圧延用工具は、質量%で、C:0.1~0.7%、Si:0.1~2.0%、Mn:0.1~2.0%、Cr:0.1~10%、Ni:0.5~5%、Al:0.01~0.1%を含有し、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有することが好ましい。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 鋼製穿孔圧延用工具を素材とし、該素材の表面にイオウまたはイオウ化合物をS換算で0.1質量%以上含む塗布剤を塗布したのち、850～1100℃の範囲の温度に加熱し、保持する熱処理を施し、表層にスケール層を形成することを特徴とする耐久性に優れた穿孔圧延用工具の製造方法。

【請求項2】 前記イオウ化合物が、硫酸塩、硫化物、イオウ含有鉱物および硫黄温泉華のうちから選ばれた1種または2種以上であることを特徴とする請求項1に記載の穿孔圧延用工具の製造方法。

【請求項3】 前記鋼製穿孔圧延用工具が、質量%で、C:0.1～0.7%、Si:0.1～2.0%、Mn:0.1～2.0%、Cr:0.1～10%、Ni:0.5～5%、Al:0.01～0.1%を含有し、残部Feおよび不可避的不純物からなる組成を有することを特徴とする請求項1または2に記載の穿孔圧延用工具の製造方法。

【請求項4】 前記組成に加えてさらに、質量%で、Mo:0.1～5%、W:0.1～5%、Co:0.5～5%、Nb:0.1～1.5%、V:0.1～1.5%、Ti:0.05～0.5%のうちから選ばれた1種または2種以上を含有する組成とすることを特徴とする請求項3に記載の穿孔圧延用工具の製造方法。

【請求項5】 鋼製穿孔圧延用工具であって、表面層にスケール層を有し、該スケール層が、イオウまたはイオウ化合物をS換算で0.1質量%以上含む塗布剤を塗布して形成されたものであり、地鉄側に深く伸びた根状の選択酸化スケールを有することを特徴とする鋼製穿孔圧延用工具。

【請求項6】 前記鋼製穿孔圧延用工具が、質量%で、C:0.1～0.7%、Si:0.1～2.0%、Mn:0.1～2.0%、Cr:0.1～10%、Ni:0.5～5%、Al:0.01～0.1%を含有し、残部Feおよび不可避的不純物からなる組成を有することを特徴とする請求項5に記載の穿孔圧延用工具。

【請求項7】 前記組成に加えてさらに、質量%で、Mo:0.1～5%、W:0.1～5%、Co:0.5～5%、Nb:0.1～1.5%、V:0.1～1.5%、Ti:0.05～0.5%のうちから選ばれた1種または2種以上を含有する組成とすることを特徴とする請求項6に記載の穿孔圧延用工具。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、継目無鋼管の製造に係り、とくに継目無鋼管の穿孔圧延に使用するプラグ等の穿孔圧延用工具の耐久性改善に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来から、継目無鋼管の製造方法として、マンネスマン式製管法が広く実施されている。この方法は、所定の温度に加熱された圧延素材（丸鋼材）

を、まず、穿孔圧延機による穿孔圧延工程を経て中空素材としたのち、エロンゲータ、プラグミル、またはマンドレルミル等の延伸圧延機により肉厚を減少し、さらに必要に応じ再加熱したのち、絞り圧延機あるいはその他の成形機により、主として外径を減じ所定の寸法の継目無鋼管を得る方法である。

【0003】穿孔圧延機としては、2本の傾斜ロールと穿孔用プラグおよび2個のガイドシュウを組み合わせた、いわゆるマンネスマンピアサ、3本の傾斜ロールと穿孔用プラグを組み合わせた、いわゆる3ロールピアサ、あるいは2本の孔型ロールと穿孔用プラグを組み合わせた、いわゆるプレスロールピアサが知られている。このような穿孔圧延機による穿孔圧延工程では、プラグは、高温の圧延素材や中空素材との絶え間ない接触により、高温、高負荷の環境下に長時間晒され、摩耗、溶損等を生じやすい。このため、従来から、穿孔用プラグに高温でのスケール処理を施し、プラグ表面に数十～数百μm厚の酸化スケール被膜を形成させて、プラグの損耗を防止していた。

【0004】しかしながら、最近では、熱間変形抵抗が高く、しかも表面に酸化スケールが形成されにくい、13Cr鋼や、ステンレス鋼等の高合金鋼継目無鋼管の需要が増加しており、これら高合金鋼の素材を穿孔圧延すると、プラグ表面の酸化スケール被膜の消耗が激しく、とくにプラグ先端部の変形や焼付きを伴う損傷が早期に多発し、プラグコストの増加や、生産性の低下等を招いていた。このため、プラグ組成の変更、あるいは酸化スケール被膜形成のための熱処理条件の改良等が提案されてきた。

【0005】例えば、特公昭59-9628号公報には、COガス5%未満を含む酸化性の炉内雰囲気中で、焼入れ処理、焼きなまし処理、または固溶体化処理を施す塑性加工装置用被摺動部品の熱処理方法が提案されている。この方法によれば、内部酸化被膜を厚くかつ均一にでき、酸化被膜と地金との密着性が向上するとしている。また、特開昭59-9154号公報には、C:0.20～0.50%、Si:0.10～2.0%、Mn:0.30～2.0%、Cr:1.0～6.0%、Ni:1.0～6.0%、Mo:0.50～5.0%、Nb:0.20～1.5%を含有する鑄造合金より成形後、酸化雰囲気中において、900～1250℃の温度範囲の加熱処理を施す継目無鋼管製造用工具材料の製造方法が提案されている。しかし、特開昭59-9154号公報に記載された技術では、13Cr鋼のような高合金鋼を穿孔圧延すると早期に工具が損傷し焼付きが発生するという問題があった。

【0006】また、特開昭61-163208号公報には、25Cr-3Ni系合金鋼からなる熱間継目無鋼管圧延用工具を水蒸気濃度10%以上、O<sub>2</sub>濃度0.2～5%以上の酸化雰囲気中で加熱保持する熱間継目無鋼管圧延用工具の熱処理方法が提案されている。特開昭61-163208号公報に記載された技術によれば、母材に密着したスピネル酸化物を容

易に形成でき、プラグ等の工具寿命が向上するとしている。

【0007】また、特開昭63-69948号公報には、C: 0.26~0.35%、Si: 0.10~1.0%、Mn: 0.20~2.00%、Cr: 2.00~4.00%、Ni: 0.50~2.00%、Nb: 0.10~0.50%、さらに、W: 0.50~2.00%、Co: 0.50~2.00%、V: 0.10~0.50%のうちの1種または2種以上を含有する鑄造合金に、酸化雰囲気中において、800~1100℃の温度範囲の加熱保持後、450℃まで30℃/h以下の速度で冷却する熱処理を施す縫目無鋼管製造用工具材料の製造方法が提案されている。しかし、特開昭63-69948号公報に記載された技術では、13Cr鋼のような高合金鋼を圧延すると早期に工具が損傷し焼付きが発生し、工具寿命が短いという問題があった。

【0008】また、特開平8-193241号公報には、加熱炉の炉内酸素分圧を工具の加熱温度との関係で所定の低い範囲内に調整した雰囲気内で、900~1050℃で2~15時間保持し、その後800~500℃まで冷却し空冷するウスタイト生成処理を1回以上行い、さらに400~500℃で1時間以上保持するマグネタイト生成処理を行う、熱間加工用工具の製造方法が提案されている。しかし、特開平8-193241号公報に記載された技術では、一定レベルの寿命向上効果は得られるが、炉内酸素分圧を $10^{-17}$ ~ $10^{-12}$ atmに調整するという厳しい雰囲気制御が必要であり、プラグ製造コストの増加とプラグ生産性が低下するうえ、13Cr鋼のような高合金鋼を圧延すると、早期に工具が損傷し、工具寿命が短いという問題があった。

【0009】また、特開平10-5821号公報には、低合金鋼で形成されたプラグ素材を酸化性雰囲気中で、1050~1250℃に加熱した後、同じ酸化性雰囲気中で素材のAc3変態温度とAc1変態温度の間の温度で保持する縫目無鋼管製造用プラグの熱処理方法が提案されている。これにより、プラグ表面に、素材との境界部に内部酸化により生成したスケールが存在するスケール層が形成され、穿孔時のプラグ寿命が向上するとしている。しかし、この方法で製造されたプラグを、13Cr鋼のような高合金鋼を圧延する過酷な圧延に供すると、スケール層が早期に剥離し、工具が損傷し工具寿命が短いという問題があった。特開平10-5821号公報に記載された技術では、実際にプラグ寿命の大幅向上に寄与する、スケールを安定的に成長させることは困難であった。

【0010】また、特開平11-179407号公報には、C: 0.1~0.4%、Si: 0.1~3%、Mn: 0.20~2%、Cr: 0.5~5%、Ni: 0.5~10%、Cu: 0.05~5%、Mo: 0.5~5%、W: 0.5~5%、Co: 0.5~5%、Ti: 0.01~5%、sol.Al: 0.01~0.1%を含有し、かつ $\{7(\text{Co}\%) - 10(\text{C}\%) - (\text{Ni}\%) \}$ が0~18を満足する範囲とする組成を有し、スケール付け熱処理を施される縫目無鋼管製造用工具が提案されている。しかし、特開平11-179407号公報に記載された工具によっても、

最近の過酷な13Cr鋼穿孔圧延においては十分なプラグ寿命を確保できなかった。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】最近では、13Cr鋼やステンレス鋼等の高合金鋼製縫目無鋼管の需要増加に伴い、更なるプラグ等穿孔圧延用工具の長寿命化が要望されている。本発明は、このような状況に鑑み、プラグ等の縫目無鋼管穿孔圧延用工具の更なる工具寿命延長を安定して可能とする、穿孔圧延用工具の製造方法を提案することを目的とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、穿孔圧延用工具寿命の向上には、母材（地鉄）側に深く伸びた根状の選択酸化スケール（いわゆる、「根」が生えたような形状のスケール）を形成させることが有効であるとの考えのもとに、地鉄との界面で選択酸化スケールを安定的に生成させる手段について、鋭意検討した。その結果、本発明者らは、工具表面にSを含有する化合物を塗布し熱処理するという簡単な方法で、いわゆる、「根」が生えたような形状のスケール、選択酸化スケールが容易にしかも安定して成長するという現象を発見した。

【0013】本発明は、このような知見に基づき、さらに検討を加えて完成されたものである。すなわち、本発明の要旨は、つぎのとおりである。

(1) 鋼製穿孔圧延用工具を素材とし、該素材の表面にイオウまたはイオウ化合物をS換算で0.1質量%以上含む塗布剤を塗布したのち、850~1100℃の範囲の温度に加熱し、保持する熱処理を施し、表面にスケール層を形成することを特徴とする耐久性に優れた穿孔圧延用工具の製造方法。

(2) (1)において、前記イオウ化合物が、硫酸塩、硫化物、イオウ含有鉱物および硫黄温泉華のうちから選ばれた1種または2種以上であることを特徴とする穿孔圧延用工具の製造方法。

(3) (1)または(2)において、前記鋼製穿孔圧延用工具が、質量%で、C: 0.1~0.7%、Si: 0.1~2.0%、Mn: 0.1~2.0%、Cr: 0.1~10%、Ni: 0.5~5%、Al: 0.01~0.1%を含有し、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有することを特徴とする穿孔圧延用工具の製造方法。

(4) (3)において、前記組成に加えてさらに、質量%で、Mo: 0.1~5%、W: 0.1~5%、Co: 0.5~5%、Nb: 0.1~1.5%、V: 0.1~1.5%、Ti: 0.05~0.5%のうちから選ばれた1種または2種以上を含有する組成とすることを特徴とする穿孔圧延用工具の製造方法。

(5) 鋼製穿孔圧延用工具であって、表面層にスケール層を有し、該スケール層が、イオウまたはイオウ化合物をS換算で0.1質量%以上含む塗布剤を塗布して形成されたものであり、地鉄側に深く伸びた根状の選択酸化ス

ケールを有することを特徴とする鋼製穿孔圧延用工具。

(6)(5)において、前記鋼製穿孔圧延用工具が、質量％で、C:0.1~0.7%、Si:0.1~2.0%、Mn:0.1~2.0%、Cr:0.1~10%、Ni:0.5~5%、Al:0.01~0.1%を含有し、残部Feおよび不可避的不純物からなる組成を有することを特徴とする穿孔圧延用工具。

(7)(6)において、前記組成に加えてさらに、質量％で、Mo:0.1~5%、W:0.1~5%、Co:0.5~5%、Nb:0.1~1.5%、V:0.1~1.5%、Ti:0.05~0.5%のうちから選ばれた1種または2種以上を含有する組成とすることを特徴とする穿孔圧延用工具。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明では、素材とする穿孔圧延用工具の表面に、塗布剤を塗布し、熱処理を施して表面層にスケール層を形成する。本発明では、塗布剤として、イオウまたはイオウ化合物を含む塗布剤を使用することに特徴がある。イオウまたはイオウ化合物を含む塗布剤を塗布して、熱処理することにより、図1に示すような、母材(地鉄)側に深く伸び、「根」が生えたような形状のスケール、すなわち、選択酸化スケールが容易に、しかも安定して形成できる。選択酸化スケールの生成により、スケール層の地鉄との密着性が顕著に向上する。

【0015】本発明では、溶剤にイオウまたはイオウ化合物をS換算で、0.1質量%以上含有させた塗布剤を用いる。塗布剤中のイオウまたはイオウ化合物の含有量が、S換算で0.1質量%未満では、選択酸化スケールの生成量が不安定となり、所望の効果が得られない。塗布剤に含有されるイオウまたはイオウ化合物の含有量上限はとくに限定されないが、発火防止等の安全性を考慮するとS換算で50質量%以下とすることが好ましい。

【0016】また、溶剤は、水またはアルコールとすることが好ましい。イオウまたはイオウ化合物は顆粒または粉末状とし、溶剤中に懸濁あるいは溶解させて、塗布剤とすることが好ましい。なお、塗布剤は、粘性や融点の調整のため、酸化物、珪酸酸塩、鉍物類、酸化鉄あるいはベントナイトやモンモリナイトを混合したスラリー状としてもよい。

【0017】イオウ化合物としては、硫酸塩、硫化物、イオウ含有鉍物および硫黄温泉華のうちから選ばれた1種または2種以上とすることが好ましい。なお、硫酸塩としては、硫化バリウム、硫化ナトリウム、硫化カリウム、硫化マグネシウム等が例示される。また、鉍石類は、重晶石、石膏、明ばん石等が例示される。なお、塗布剤の塗布方法は特に限定する必要がないが、ハケ塗り、スプレー等により塗布することが好ましい。塗布剤は、素材である穿孔圧延用工具の表面全体あるいは、ほぼ表面全体に塗布されればよく、塗布厚さ、塗布量を限定する必要はない。

【0018】表面にイオウまたはイオウ化合物を含む塗

布剤を塗布された穿孔圧延用工具は、好ましくは乾燥され、ついで、熱処理を施される。本発明では、熱処理は、850~1100℃の範囲の温度に加熱し、保持する熱処理とする。熱処理の加熱温度が、850℃未満では、スケール層の成長が不十分で、所望の効果が得られない。一方、熱処理の加熱温度が、1100℃を超えると、スケールが異常成長し、かえって工具寿命が低下する。なお、保持時間は2~12hとすることが好ましい。2h未満では、生成するスケール層の厚さが薄く、所望の効果が得ることができない。一方、12hを超えると、スケール層が厚くなりすぎて、地鉄との密着性が低下する。

【0019】本発明では、Sを含有する塗布剤を工具表面に塗布し、表面層に母材(地鉄)側に深く伸び、「根」が生えたような形状のスケール(選択酸化スケール)を形成し、工具寿命を改善するため、工具の組成をとくに限定する必要はないが、工具寿命に好ましい影響を与える組成範囲はある。次に、工具寿命に好ましい影響を与える組成について説明する。なお、組成に係る質量%は、単に%で記す。

【0020】C:0.1~0.7%、Cは、固溶して材料の強度を増加させ、あるいは炭化物を形成して材料の高温強度の低下を抑制する元素であり、本発明では0.1%以上の含有を必要とする。一方、0.7%を超えて含有すると、高温強度の低下が著しくなるとともに、またスケール層中に気泡が増加しスケール密着性が低下する。このため、Cは0.1~0.7%の範囲に限定することが好ましい。なお、より好ましくは0.1~0.5%である。

【0021】Si:0.1~2.0%

Siは、脱酸剤として作用するとともに、固溶して基地を強化し、さらに選択酸化を助長し密着性に富む酸化スケールの生成を促進させる元素であり、本発明では、0.1%以上の含有を必要とするが、2.0%を超えて含有すると、スケール層を脆弱にしスケール層の密着性を低下させ、工具寿命を劣化させる。なお、Si含有量が0.1%未満では、スケール層中に気泡が増加し、スケール層の密着性が低下する。このため、Siは0.1~2.0%に限定することが好ましい。

【0022】Mn:0.1~2.0%

Mnは、高温強度を増加させる元素であり、本発明では0.1%以上の含有が望ましいが、2.0%を超えて含有すると、スケール層が脆弱となり密着性が低下する。このため、Mnは0.1~2.0%に限定することが好ましい。

Cr:0.1~10%

Crは、基地中に固溶し、また炭化物を形成して高温強度を増加させる。また、Crは、選択酸化を促進し、スケール層の密着性を向上させる。このような効果を得るためには、Crを0.1%以上含有することが好ましい。一方、10%を超えて含有すると、Feの選択酸化を抑制し、選択酸化スケールの成長を阻害する。このため、Crは0.1~10%に限定することが好ましい。なお、より好ましくは

0.1～8%である。

【0023】Ni：0.5～5%

Niは、固溶して材料の強度、靱性を向上させるとともに、Feより酸化しにくい選択酸化部近傍の地鉄に濃化し、選択酸化スケールの成長を促進し、スケールの密着性を向上する効果を有する元素であり、0.5%以上含有することが好ましい。一方、5%を超えて含有しても、効果が飽和し、経済的に不利となる。このため、Niは0.5～5%の範囲に限定することが好ましい。

【0024】Al：0.01～0.1%

Alは、脱酸剤として作用する。このような効果は0.01%以上の含有で認められるが、0.1%を超えて含有すると、酸化物系介在物が増加し清浄度が低下する。このため、Alは0.01～0.1%の範囲に限定することが好ましい。Mo：0.1～5%、W：0.1～5%、Co：0.5～5%、Nb：0.1～1.5%、V：0.1～1.5%、Ti：0.05～0.5%のうちから選ばれた1種または2種以上Mo、W、Co、Nb、V、Tiは、いずれも高温強度を増加させる作用を有し、必要に応じ選択して含有することができる。

【0025】Mo、Wは、固溶強化、あるいはさらに炭窒化物を形成して高温強度を増加させる。このような効果は、Mo、Wのそれぞれ0.1%以上の含有で認められるが、Mo：3%、W：3%を超えて含有すると、融点が低下し工具寿命が低下する。このため、含有する場合には、Mo：0.1～5%、W：0.1～5%の範囲に限定することが好ましい。

【0026】Coは、固溶して材料の靱性を向上させるとともに、高温強度を増加させる。このような効果は、Co：0.5%以上の含有で認められるが、5%を超えて含有しても、効果が飽和し、経済的に不利となる。このため、含有する場合には、Coは0.5～5%の範囲に限定することが好ましい。Nb、V、Tiはいずれも、炭化物、窒化物あるいは炭窒化物を形成し、高温強度を増加させる元素である。このような効果は、それぞれ、Nb：0.1%以上、V：0.1%以上、Ti：0.05%以上の含有で認められる。一方、Nb：1.5%、V：1.5%、Ti：0.5%を超 \*

\*えて含有すると、靱性が劣化し、工具の割損が起こりやすくなる。このため、含有する場合には、Nb：0.1～1.5%、V：0.1～1.5%、Ti：0.05～0.5%の範囲にそれぞれ限定することが好ましい。

【0027】上記した成分以外に、粒界強度の増加を目的として、B：0.7%以下を含有できる。上記した成分以外の残部は、Feおよび不可避的不純物である。不可避的不純物としては、P：0.05%以下、S：0.03%以下、Cu：0.5%以下が許容できる。

10 【0028】

【実施例】表1に示す組成の鋼を溶製し、鋳型に鋳造したのち、一部を機械研削で仕上げ加工して、鋼製穿孔圧延用工具（ピアサブラグ：最大外径 154mm）とした。このピアサブラグを素材として、該素材に、表2に示す組成の塗布剤を、ハケ塗りし、乾燥したのち、汎用の大気雰囲気炉を使用して、表3、図2に示す条件で熱処理を行い、素材表面層にスケール層を生成（スケール付け）した。

【0029】得られたピアサブラグについて、断面の組織観察を行い、選択酸化スケール生成の有無を確認した。なお、ここでいう「選択酸化スケール」とは、図1に示すような、母材（地鉄）側に深く伸び、「根」が生えたような形状のスケールをいうものとする。これら得られたピアサブラグ（以下、プラグともいう）を用いて、13%Cr鋼製ビレット（直径 175mmφ×長さ 2m）の穿孔圧延を行った。ビレット1本を穿孔圧延する毎にプラグの表面検査を行った。溶損や焼付きあるいはえぐれ等が発生して寿命と判定されるまでに圧延した圧延本数をプラグ寿命として、プラグの耐久性を評価した。なお、同一水準各4個のプラグについて、各々のプラグ寿命を求め、それらの平均値を算出し、小数点以下を四捨五入して整数値に丸めた値を、各プラグのプラグ寿命とした。

【0030】得られた結果を表3に示す。

【0031】

【表1】

素材 No	化 学 成 分 (質量%)													
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	W	Co	Al	Nb	V	Ti
A	0.47	0.51	0.57	0.016	0.009	1.22	3.03	—	—	—	0.024	—	0.10	—
B	0.43	0.61	0.45	0.022	0.018	1.65	5.72	3.99	3.46	1.55	0.038	0.61	—	—
C	0.38	0.40	0.33	0.018	0.008	1.58	0.61	1.76	1.33	1.98	0.017	0.33	0.21	0.06
D	1.27	0.60	1.02	0.018	0.013	1.02	16.7	1.51	1.50	—	0.035	—	—	—

【0032】

※ ※【表2】

塗布剤 No.	塗布剤組成					塗布剤中 のS量 (S換算)  質量%
	溶剤	添 加 物 (質量%)				
		硫黄 質量%	硫黄化合物 質量%	その他添加材 質量%	粘結剤 質量%	
a	水	—	硫酸ナトリウム ： 3	ベントナイト ： 2	—	0.7
b	水	—	硫酸ナトリウム ： 10	酸化鉄：Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ： 39 ベントナイト ： 4	水ガラス： 16	2.3
c	メタノール 水： 3	—	重晶石粉 ： 7	炭酸カルシウム ： 24 長石粉 ： 3 酸化鉄：Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ： 2 ベントナイト ： 6	アクリル樹脂： 5	1.0
d	水	—	石膏石粉 ： 25 硫酸ナトリウム ： 2	酸化鉄Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ： 39	水ガラス： 5	5.0
e	水	硫黄粉 ： 3	—	ベントナイト ： 6	水ガラス： 8	3.0

【0033】

\* \* 【表3】

工程 No.	母材 No.	塗布剤 No.	熱処理	選択酸化 の有無	工具寿命 圧延本数	備 考
			加熱温度℃ ×保持時間h			
1	A	a	980℃×4 h	○	5	本発明例
2		c	870℃×7 h	○	5	本発明例
3			1000℃×2 h	○	7	本発明例
4		—	870℃×7 h	×	1	比較例
5			1000℃×2 h	×	1	比較例
6	B	a	970℃×4 h	○	6	本発明例
7		b	970℃×4 h	○	7	本発明例
8		—	970℃×4 h	×	1	比較例
9	C	b	1050℃×2 h	○	7	本発明例
10		c	930℃×5 h	○	8	本発明例
11		d	970℃×4 h	○	7	本発明例
12		e	960℃×6 h	○	7	本発明例
13		—	930℃×5 h	×	2	比較例
14	D	b	1050℃×3 h	△	3	本発明例
15		—	1050℃×3 h	×	1	比較例

○: 有り (多数)、△: 有り (少数)、×: 無し

【0034】本発明例は、いずれも選択酸化スケールの生成が認められ、厳しい穿孔圧延条件となる13Cr鋼継目無鋼管の穿孔圧延においても、圧延本数：5～8本とプラグ寿命が長寿命化していることがわかる。なお、素材の組成が、本発明の好適範囲を外れる本発明例（プラグNo.14）では、選択酸化スケールの生成が若干少なく、プラグ寿命は若干短寿命化している。一方、本発明の範囲を外れる比較例は、圧延本数：1～2本とプラグ寿命が低下している。

【0035】

【発明の効果】以上、詳述したように、本発明によれば、プラグ等の継目無鋼管穿孔圧延用工具の更なる工具寿命延長が安定して可能となり、継目無鋼管の内面性状

が向上するとともに、高合金鋼やステンレス鋼などの熱間変形抵抗が高く、焼付きが生じやすい材料の穿孔圧延の生産性が顕著に向上し、産業上格段の効果を奏する。また、本発明によれば、雰囲気調整の必要がなく、汎用の熱処理炉を使用でき、製造性が向上し、製造コストが低減するという効果もある。

【図面の簡単な説明】

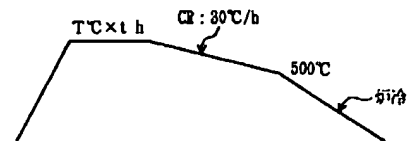
【図1】本発明の穿孔圧延用工具におけるスケール層と地鉄との界面形状の一例を示す光学顕微鏡組織写真（倍率：100倍）である。

【図2】実施例に用いた熱処理条件（熱処理パターン）を示す説明図である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 前田 稔  
愛知県半田市川崎町1丁目1番地 川崎製  
鉄株式会社知多製造所内

(72)発明者 金山 太郎  
愛知県半田市川崎町1丁目1番地 川崎製  
鉄株式会社知多製造所内

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox**